#### WELTORGANISATION FUR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

### INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 6:

B01D 63/08, 65/02

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 99/67012

A1

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

29. Dezember 1999 (29.12.99)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP99/03897

(22) Internationales Anmeldedatum:

5. Juni 1999 (05.06.99)

(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

(30) Prioritätsdaten:

198 27 473.4

Göttingen (DE).

19. Juni 1998 (19.06.98)

DE

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): GRUMMERT, Ulrich [DE/DE]; Bebelstrasse 37, D-37081 Göttingen (DE). SCHMIDT, Hans-Weddo [DE/DE]; Alte Uslarer Strasse 26d, D-37181 Hardegsen (DE).

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): SARTO-

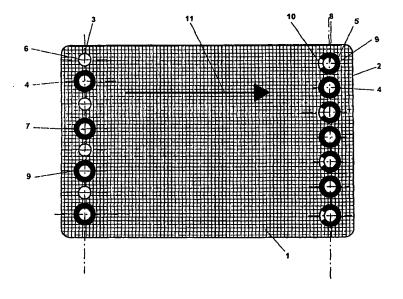
RIUS AG [DE/DE]; Weender Landstrasse 94-108, D-37075

(54) Title: IMPROVED CROSS-FLOW FILTER CARTRIDGE

(54) Bezeichnung: VERBESSERTE CROSSFLOW-FILTERKASSETTEN

(57) Abstract

The invention relates to improved cross-flow filter cartridges for the filtration of liquid media, which are used in cross-flow filtration devices of varying pump outputs and can be fitted with non-reinforced membranes. The cross-flow filter cartridges provided for by the invention comprise at least one retentate separator in which the inlets to the open perforations designed to form the one type of channel, for example for retentate discharge, are larger than the inlets to the open perforations designed to form the other type of channel, for example for fluid input. In comparison with known cross-flow filter cartridges, with the improved cross-flow filter cartridges provided for by the invention the retentate flows required to achieve equal filtration output at equal pressure differential on the retentate side can be at least 1.8 times lower. This significantly reduces the energy input supplied by pumping for cross-flow filtration.



#### (57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft verbesserte Crossflow-Filterkassetten zur Filtration von flüssigen Medien, die in Crossflow-Filtrationsanlagen mit unterschiedlichen Pumpenleistungen betrieben und die mit unverstärkten Membranen ausgerüstet werden können. Die erfindungsgemäßen Crossflow-Filterkassetten verfügen über mindestens einen Retentatabstandshalter, bei dem die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zur Ausbildung der einen Art von Kanälen, wie beispielsweise zum Retentatablauf, größer sind als die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zur Ausbildung der anderen Art von Kanälen, wie beispielsweise zum Fluidzulauf. Im Vergleich mit herkömmlichen Crossflow-Filterkassetten müssen mit den erfindungsgemäßen, verbesserten Crossflow-Filterkassetten zur Erreichung gleicher Filtratleistung bei gleicher Druckdifferenz auf der Retentatseite lediglich Retentatströme, die mindestens um den Faktor 1,8 geringer sein können, realisiert werden. Das führt zu einer deutlichen Verminderung des durch die Pumpenleistung eingetragenen Energieaufwands bei der Crossflow-Filtration.

#### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
ΑT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungam	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
ВJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan ·	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neusceland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		
1							

WO 99/67012 PCT/EP99/03897

5

#### Verbesserte Crossflow-Filterkassetten

10

30

Die Erfindung betrifft verbesserte Crossflow-Filterkassetten, welche zwischer Einspannplatten angeordnet in Crossflow-Filtrationsanlagen betrieben werden.

Mit den erfindungsgemäßen, verbesserten Crossflow-Filterkassetten können Fluide wie Flüssigkeiten, Emulsionen, Suspensionen, Lebensmittel und Getränke, wie Bier, Bierwürze, Wein, Saft, Wasser, Mineralwasser und Milch, Trink-, Brauch- und Abwasser, Lösungen im Pharma-, Medizin-, Kosmetik-, Chemie-, Biotechnologie-, Gentechnik-, Elektronik-, Umweltschutz- und Laborbereich filtriert werden. Sie können zur Stofftrennung, zur Entpyrogenisierung und Sterilisierung von Lösungen und zur Abtrennung von Schadstoffen aus Fluiden, für die Filtration und Aufkonzentrierung biologischer Lösungen, für die Abtrennung von Mikroorganismen, wie Bakterien, Hefen, Viren und von Zellbestandteilen, für die Entsalzung von Proteinlösungen und anderen biologischen Medien, für die Stofftrennung von Ionen, Makromolekülen und
 Biomolekülen verwendet werden.

Die Crossflow-Filtration wird mit Kassetten-Filtrationsanlagen durchgeführt, in denen mindestens eine Filterkassette, in der Regel aber mehrere Filterkassetten hintereinander als Stapel angeordnet sind. Die Filterkassetten sind dabei zwischen Einspannplatten in ihren peripheren Randbereichen fluiddicht eingepreßt. Dabei sind die Einspannplatten als An- und/oder Abströmplatten mit entsprechenden Verteilern und Anschlüssen an die

10

Kanäle für Fluidzulauf, Retentatablauf und Filtratablauf ausgebildet (WO 96/28240, EP-PS 0 345 209). Wenn es sich bei den Dichtungsmassen des peripheren Randbereichs um harte Dichtungsmassen, beispielsweise um solche aus Polypropylen, handelt, werden die Filterkassetten unter Verwendung elastischer Flachdichtungen untereinander oder Einspannplatten fluiddicht eingespannt. Bei dauerelastischen gegenüber den Dichtungsmassen, beispielsweise aus Silikon, wird die fluiddichte Einspannung ohne zusätzliche Dichtungen erreicht. Bei der Crossflow-Filtration wird das zu filtrierende Fluid über die Anströmplatte und entsprechende Kanäle in Überströmspalte der Filterkassetten für zu filtrierendes Fluid gedrückt. Es überströmt die Membranfläche und wird als Retentat abgeführt. Ein Teil permeiert durch die Membran hindurch und wird gesammelt und über entsprechende Kanäle und die Abströmplatte als Filtrat aus der Anlage abgeführt. Über Pumpen und Ventile werden die Fluidflüsse und -drücke geregelt. Für einen optimalen Betrieb derartiger Crossflow-Filtrationsanlagen müssen die Pumpenleistungen zur Realisierung der Überströmung des zu filtrierenden Fluids/Retentats auf die Konfiguration der Filterkassetten, insbesondere auf die Höhe der Überströmspalte für zu filtrierendes Fluid abgestimmt sein. Andernfalls werden die für erforderlichen Überströmungsgeschwindigkeiten effektive Filtration Transmembrandrücke nicht erreicht, bzw überschritten

20 Crossflow-Filterkassetten sind bekannt und werden beispielsweise in der US-PS 47 15 955 und der DE-PS 34 41 249 beschrieben. Die Filterkassetten sind aus einer Vielzahl benachbarter Filterzellen aufgebaut, die aus alternierend angeordneten, flächigen Zuschnitten von mindestens einem Retentatabstandshalter zur Ausbildung eines Überströmspalts für zu filtrierendes Fluid, einer ersten Membran, 25 Filtratabstandshalter zur Ausbildung eines Filtratsammelspalts und einer zweiten Membran bestehen. Die Zuschnitte verstigen in der Regel in ihren Randbereichen über Zugänge zu den Durchbrechungen zur Ausbildung von vorzugsweise senkrecht zur Fläche der Zuschnitte verlaufenden Kanälen für Fluidzulauf, Retentatablauf und Filtratablauf. Dabei sind jene Durchbrechungen der Abstandshalter, die zu den Kanälen 30 hin geschlossen zu halten sind, in ihren peripheren Randbereichen von einer über die Ebene der Abstandshalter geringfügig überstehenden Dichtungsmasse fluiddicht

15

20

25

30

eingefaßt. Die übrigen Durchbrechungen der Abstandshalter, die mit den Kanälen in kommunizierender Verbindung stehen, sind von keiner Dichtungsmasse eingefaßt, sondern offen. Zum Schutz der Membranen vor mechanischen Beschädigungen, die insbesondere im Übergangsbereich der Dichtungsmassen eintreten und durch zu starkes An- oder Eindrücken der Membranen an oder in die Abstandshalter verursacht werden, verwendet man textilverstärkte Membranen, bei denen eine oder beide Membranflächen von der textilen Verstärkung, beispielsweise von einem Faservlies, bedeckt sind. Nachteilig ist, daß derartige textilverstärkte Membranen gegenüber unverstärkten Membranen einen reduzierten Durchfluß für das Filtrat und damit eine geringere Filtrationsleistung aufweisen. Alternativ schlägt die DE-PS 34 41 249 einen zusätzlichen Einbau von Schutzringmasken und Schutzrahmen zwischen den Zuschnitten vor. Neben dem dadurch erreichten Schutz der unverstärkten Membranen vor mechanischer Beschädigung werden gleichzeitig die Überströmspalte für zu filtrierendes Fluid in ihrer Höhe vergrößert (sogenannte Weitspaltmodule). Über die Dicke der Schutzringmasken und Schutzrahmen kann die Höhe der Überströmspalte in gewissen Grenzen eingestellt werden. Das ist zwar mit einer Reihe von Vorteilen verbunden, wie gute Partikelgängigkeit, Einsatz einer breiten Palette von Abstandshaltern unterschiedlicher Stärken, insbesonderer grober Gewebe, geringe mechanische Beanspruchung der Membranen und Möglichkeit der Filtration viskoser Medien, weist aber auch den Nachteil auf, daß durch die erweiterten Überströmspalte die für eine optimale Filtration erforderlichen Überströmungsgeschwindigkeiten des zu filtrierenden Fluids über die Membranflächen hinweg nur durch hohe Pumpenleistungen zu erreichen sind. Anlagen, die mit derartigen Filterkassetten ausgerüstet sind, erfordern einen hohen Energieaufwand. Sie sind außerdem nicht mit optimaler Leistung in Anlagen betreibbar, die mit geringer Pumpenleistungen ausgelegt sind.

Die Verwendung von Filterkassetten mit von vornherein geringer Spalthöhe, das heißt von Filterkassetten, die keine durch zum Beispiel Schutzringmasken und Schutzrahmen erweiterten Überströmspalte aufweisen (sogenannte Engspaltmodule), haben zwar den Vorteil, daß bereits hohe Überströmungsgeschwindigkeiten bei niedrigeren Pumpenleistungen erreicht werden, sie ist aber mit den Nachteilen einer Beschränkung auf den Einsatz dünner Abstandshalter bei hoher mechanischer Beanspruchung der

20

25

30

Membranen und verminderter freier Membranfläche, die für die Filtration zur Verfügung steht, verbunden. Durch die Verwendung feiner Gewebe als Abstandshalter ist nämlich die Anzahl der nicht filtrierenden Auflagepunkte der Membran auf den Gewebefäden erhöht im Vergleich zu dicken, groben Geweben oder zu Filterkassetten mit eingebauten Schutzringmasken und Schutzrahmen. Außerdem weisen derartige Filterkassetten eine geringe Partikelgängigkeit und schlechte Filtrierbarkeit für viskose Medien auf.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zu Grunde, verbesserte Crossflow-Filterkassetten bereit zu stellen, die in Crossflow-Filtrationsanlagen mit unterschiedlichen Pumpenleistungen betrieben werden können. Eine weitere Aufgabe der Erfindung besteht darin, verbesserte Crossflow-Filterkassetten bereit zu stellen, die trotz der Ausstattung mit unverstärkten Membranen als Engspaltmodule betreibbar sind.

Die Aufgabe wird durch die im Kennzeichen der unabhängigen Ansprüche angegebenen

Merkmale gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind durch die Merkmale der Unteransprüche definiert.

Die erfindungsgemäßen Crossflow-Filterkassetten zeichnen sich dadurch aus, daß sie über mindestens einen Retentatabstandshalter verfügen, bei dem die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zur Ausbildung der einen Art von Kanälen größer sind, als die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zur Ausbildung der anderen Art von Kanälen. Wenn die Crossflow-Filterkassetten so an die An- und/oder Abströmplatten angeschlossen werden, daß die größeren Zugänge zu den offenen Durchbrechungen des mindestens einen Retentatabstandshalters die Kanäle für den Fluidzulauf bilden, entsteht in diesem Überströmspalt ein Druckgefälle auf einem höhren Druckniveau als in den übrigen Überströmspalten, die über gleich große Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zu den Kanälen für den Fluidzulauf und Retentatablauf verfügen. Von diesem höheren Druckniveau wird offensichtlich eine Kraft auf die flächigen Zuschnitte ausgeübt (dieser Überströmspalt weitet sich), was dazu führt, daß die übrigen Überströmspalte verengt werden, wodurch die Überströmungsgeschwindigkeit ansteigt oder bei gleicher Überströmungsgeschwindigkeit eine geringere Menge an zu

. 5

10

15

20

überströmendem Fluid pro Zeiteinheit durch die Filterkassette hindurchgepumpt zu werden braucht.

In einer alternativen Ausführungsform der Erfindungen, sind die Membranen in ihren Randbereichen von die Durchbrechungen offen lassenden Schutzrahmen oder im Bereich ihrer Durchbrechungen von die Durchbrechungen offen lassenden Schutzringmasken bedeckt. Das gestattet den Einbau von mechanisch empfindlichen unverstärkten Membranen in die Filterkassetten, führt aber gleichzeitig zu einer Vergrößerung der Überströmspalte und damit zu höheren Pumpenleistungen, um eine optimale Überströmung der Membranen zu realisieren. Dieser negative Effekt wird durch die vorstehend beschriebenen erfinungsgemäßen Maßnahmen beseitigt, weil, wie vorstehend beschrieben, Überströmspalte vererengt werden.

In vorteilhaften Ausgestaltungen der Erfindung sind die Retentabstandshalter mit den unterschiedlich großen Zugängen zu den offenen Durchbrechungen als äußere, und/oder innere Retentatabstandshalter oder in periodischer Abfolge in den Filterkassetten angeordnet.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß die erfindungsgemäßen Crossflow-Filterkassetten mit hoher Filtrationsleistung sowohl in Crossflow-Filtrationsanlagen, die über eine hohe Pumpenleistung verfügen, als auch in Crossflow-Filtrationsanlagen mit geringerer Pumpenleistung betrieben werden können, wenn die Crossflow-Filterkassetten so an die An- und/oder Abströmplatten angeschlossen werden, daß im ersten Fall die größeren Zugänge zu den offenen Durchbrechungen des mindestens einen Retentatabstandshalters die Kanäle für den Retentatablauf (abströmseitig) und im zweiten Fall für den Fluidzulauf (anströmseitig) bilden.

Die erfindungsgemäßen Crossflow-Filterkassetten weisen in den beiden möglichen 25 Strömungsrichtungen asymmetrische Strömungseigenschaften auf. Dies kann anlagentechnisch dazu ausgenutzt werden, mit Hilfe einer Strömungumkehr, beispielsweise während einer Reinigung, wieder optimale Druckverhältnisse zu erreichen. Eine weitere Möglichkeit zur Ausnutzung dieser asymmetrischen 30 Strömungseigenschaften besteht im Anfahren einer Crossflow-Filtrationsanlage mit niedrigem Druck, der im Verlaufe der Filtration langsam gesteigert wird.

Die Erfindung soll anhand der Figuren und de Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Dabei zeigen

15

25

- Fig. 1 einen erfindungsgemäßen Retentatabstandshalter,
  - Fig. 2 einen Retentatabstandshalter nach dem Stand der Technik,
  - Fig. 3 schematisch einen Schnitt durch eine erfindungsgemäße Crossflow-Filterkassette,
  - Fig. 4 schematisch einen Schnitt durch eine Crossflow-Filterkassette nach dem Stand der Technik und
- Fig. 5 ein Diagramm des Verlaufs des Retentatstroms in Abhängigkeit von der 10 retentatseitigen Druckdifferenz (Eingangsdruck - Ausgangsdruck) bei konstantem Permeatstrom.

Gemäß Figur 1 weist der aus einem Gewebe 1 bestehende Retentatabstandshalter 2 Durchbrechungen 3, 4, 5 auf, von denen die offenen Durchbrechungen 3 von den Kanälen für den Fluidzulauf 6, die geschlossenen Durchbrechungen 4 von den Kanälen für Filtratablauf 7 und die offenen Durchbrechungen 5 von den Kanälen für Retentatablauf 8 durchdrungen sind. Dabei stehen die offenen Durchbrechungen 3, 5 mit dem durch den Retentatabstandshalter 2 gebildeten Überströmspalt 15 in kommuniziernder Verbindung. Die offenen Durchbrechungen 3 verfügen über größere Zugänge zu den Kanälen für die Fluidzufuhr 6 als die offenen Durchbrechungen 5 zu den Kanälen für den Retentatablauf 8. Die geschlossenen Durchbrechungen 4 sind von einer dauerelastischen Dichtungsmasse 9 fluiddicht eingefaßt. Gemäß Figur 1 werden die kleineren Zugänge 10 zu den offenen Durchbrechungen 5 zur Ausbildung der Kanäle für den Retentatablauf 8 beispielsweise ebenfalls durch eine dauerelastische Dichtungsmasse 9 realisiert, die den peripheren Randbereich der offenen Durchbrechungen 5 teilweise umfaßt. Zur Abdichtung gegenüber den benachbarten flächigen Zuschnitten beziehungsweise den benachbarten Schutzrahmen oder Schutzringmasken (nicht dargestellt) steht die Dichtungsmasse 9 geringfügig über die Ebene des Abstandshalters 2 30 über. Das zu filtrierende Fluid dringt über die Kanäle für die Fluidzufuhr 6 über den größeren Zugang zu den offenen Durchbrechungen 3 in den Überströmspalt 15, der von zu dem Retentatabstandshalter 2 benachbarten Zuschnitten (Membranen) gebildet wird ein, überströmt beidseitig das Gewebe 1 und verläßt über die die den Durchbrechungen 3 gegenüberliegenden Zugänge 10 der offenen Durchbrechungen 5 den Überströmspalt und wird mittels der Kanäle für den Retentatablauf 8 abgeführt. Die Strömungsrichtung wird durch den Pfeil 11 angegeben. Ein Teil des Fluids durchdringt die dem Retentatabstandshalter 2 benachbarten Membranen 13, wird im Filtratsammelspalt gesammelt und mittels offener Durchbrechungen zur Ausbildung der Kanäle für die Filtratabführ 7 in einem Filtratabstandshalter 14 abgeführt.

- Gemäß Figur 2 weist der aus einem Gewebe 1 bestehende Retentatabstandshalter 2' des Standes der Technik ebenfalls Durchbrechungen 3, 4, 5' auf, von denen die offenen Durchbrechungen 3 von den Kanälen für die Fluidzufuhr 6, die geschlossenen Durchbrechungen 4 von den Kanälen für Filtratablauf 7 und die offenen Durchbrechungen 5' von den Kanälen für Retentatablauf 8 durchdrungen sind. Dabei stehen die offenen Durchbrechungen 3, 5' mit dem durch den Retentatabstandshalter 2 gebildeten Überströmspalt 16 in kommuniziernder Verbindung. Die offenen Durchbrechungen 3, 5' verfügen über gleich große Zugänge zu den Kanälen für die Fluidzufuhr 6 und für den Retentatablauf 8.
- 20 Der schematische Schnitt durch eine erfindungsgemäße Crossflow-Filterkassette gemäß Figur 3 zeigt den Aufbau einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung. Die Crossflow-Filterkassette 12 besteht aus oberen und unteren Retentatabstandshalter 2 und mehreren inneren Retentatabstandshaltern 2', Membranen 13 und Filtratabstandshaltern 14. Bei den äußeren Retentatabstandshaltern 2 sind die 25 Zugänge zu den offenen Durchbrechungen 3 zur Ausbildung der Kanäle für den Fluidzulaauf 6 größer als die Zugänge 10 zu den offenen Durchbrechungen 5 zur Ausbildung der Kanäle für den Retentatablauf 8. Die inneren Retentatabstandshalter 2' sind Retentatabstandshalter des Standes der Technik mit gleich großen Zugängen zu den Durchbrechungen 3 und 5'. Wenn die Crossflow-Filterkassette 12 so an die Anund/oder Abströmplatten angeschlossen werden, daß die größeren Zugänge zu den 30 offenen Durchbrechungen 3 der äußeren Retentatabstandshalter 2 die Kanäle für den

15

25

30

Fluidzulauf 6 bilden, entsteht in den Überströmspalten 15 ein Druckgefälle auf einem höheren Druckniveau als in den übrigen Überströmspalten 16, die über gleich große Zugänge zu den offenen Durchbrechungen zu den Kanälen für die Fluidzulauf 6 und Retentatablauf 8 verfügen. Von diesem höheren Druckniveau wird offensichtlich eine Kraft auf die flächigen Zuschnitte ausgeübt (dieser Überströmspalt weitet sich), was dazu führt, daß die übrigen Überströmspalte 16 verengt werden, wodurch die Überströmungsgeschwindigkeit ansteigt oder bei gleicher Überströmungsgeschwindigkeit eine geringere Menge an zu überströmendem Fluid pro Zeiteinheit durch die Filterkassette hindurchgepumpt zu werden braucht. Das soll mit den in den Überströmspalten 15 gezeichneten Pfeilen angedeutet werden.

In der in Figur 4 schematisch im Schnitt dargestellten Crossflow-Filterkassette nach dem Stand der Technik herrschen in allen Überströmspalten 15, 16 gleiche Druckverhältnisse, weil die Filterkassette durchweg mit Retentatabstandshaltern 2' des Standes der Technik aufgebaut sind, bei denen die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen 3 und 5' gleich groß sind.

20 Beispiel 1

Mit einer Crossflow-Filterkassette 12 des Typs Sartocon-2 der Sartorius AG, die aus 32 Zuschnitten einer 30.000 Dalton Ultrafiltrationsmembran aus Polyethersulfon (Gesamtmembranfläche  $m^2$ ), 0,7 16 Filtratabstandshaltern **14** und Retentatabstandshaltern 2, 2' bestand, wobei die beiden äußeren Retentatabstandshalter 2 einen auf etwa 20 % verringerten Zugang 10 zu den offenen Durchbrechungen 5 zur Ausbildung der Kanäle für den Retentatablauf 8 bezogen auf den größeren Zugang zu den offenen Durchbrechungen 3 zur Ausbildung der Kanäle für den Fluidzulauf 6 aufwies, wurde eine Crossflow-Filtration zur Aufkonzentrierung einer wässrigen Proteinlösung durchgeführt, die 5 % Albumin enthielt. Zur Aufrechterhaltung annähernd gleicher Filtratströme mußten in Abhängigkeit von der Druckdiffernez zwischen Eingangs- und Ausgangsdruck auf der Retentatseite die in der Tabelle 1 angegebenen Rentatströme realisiert werden. Der Transmembrandruck betrug immer 2 bar.

Tabelle 1

Druckdifferenz	1 bar	2 bar	3 bar
(Retentatseite)			
Retentatfluß [l/hm²]	445,7	750	991,4
Filtratfluß [l/hm²]	110,6	122,6	131,1

5

### Beispiel 2

10 Es wurde unter den gleichen Bedingungen wie in Beispiel gearbeitet mit dem Unterschied, daß alle Retentatabstandshalter 2' gleich große Zugänge zu den Durchbrechungen 3, 5' zur Ausbildung der Kanäle für den Fluidzulauf 6 und für den Retentatablauf aufwiesen.

Die erhaltenen Meßwerte sind in der Tabelle 2 enthalten.

15

20

Tabelle 2

Druckdifferenz	1 bar	2 bar	3 bar
(Retentatseite)			
Retentatfluß [l/hm²]	800	1347,1	1821,4
Filtratfluß [l/hm²]	113,1	126,9	132,9

Die Figur 5 gibt die aus den Beispielen 1 und 2 gewonnenen Ergebnisse graphisch wieder. Dabei ist auf der linken Ordinate der Retentatfluß in l/hm² und auf der rechten Ordinate der entsprechende Filtratfluß dargestellt. Auf der Abzisse ist die Druckdifferenz Δp in bar dargestellt. Die Figur 5 zeigt, daß im Vergleich mit herkömmlichen Crossflow-

10

15

20

Filterkassetten mit den erfindungsgemäßen verbesserten Crossflow-Filterkassetten zur Erreichung gleicher Filtratleistung bei gleicher Druckdifferenz auf der Retentatseite lediglich Retentatströme, die mindestens um den Faktor 1,8 geringer sein können, realisiert werden müssen. Das führt zu einer deutlichen Verminderung des durch die Pumpenleistung eingetragenen Energieaufwands bei der Crossflow-Filtration.

#### Beispiele 3-6

Es wurden Crossflow-Filterkassetten des Typs Sartocon® 2 gefertigt, die aus 28 Zuschnitten einer 30.000 Dalton Ultrafiltrationsmembran aus vernetztem Cellulosehydrat (Hydrosart® der Sartorius AG) mit einer Gesamtmembranfläche von etwa 0,6 m², 14 Filtratabstandshaltern und 15 Retentatabstandshaltern bestanden. Die erfindungsgemäß ausgebildeten Retentatabstandshalter hatten einen auf etwa 20 % verringerten Zugang. Mit den Kassetten wurde in Vergleichsversuchen (Beispiele 3-6) Aufkonzentrierungen einer wässrigen Proteinlösung durchgeführt, die 0,1 % Albumin enthielt.

Der Aufbau der Crossflow-Filterkassetten (Module) und die erhaltenen Filtrationsergebnisse gehen aus der Tabelle 3 hervor. Die Tabelle 3 zeigt, daß es

- a) genügt, wenn nur ein Retentatabstandshalter in einer Kassette erfindungsgemäß ausgebildet ist (Beispiel 4) und
- b) die Kassetten auch dann sinnvoll einsetzbar sind, wenn alle Retentatabstandshalter erfindungsgemäß ausgebildet sind (Beispiel 6).

11

Tabelle 3

Ergebnisse der Crossflow-Filtration einer 0,1 %igen Albuminlösung in Wasser bei einem Transmembrandruck von 1,5 bar und einer Druckdifferenz auf der Retentatseite von 3 bar.

Beispiel	Anzahl der Retentatab- standshalter mit verringertem Zugang	Lage im Modul	Retentatfluß	Filtratfluß [ I/hm² ]
3	0	nicht vorhanden	1340	100
4	1	mittig	830	108
5	2	oben und unten	700	110
6	15	durchgängig	690	115

10

15

15

#### Patentansprüche

- Verbesserte Crossflow-Filterkassetten (12), die aus einer Vielzahl benachbarter 1. Filterzellen aufgebaut sind, die aus alternierend angeordneten, flächigen Zuschnitten von mindestens einem Retentatabstandshalter (2') zur Ausbildung eines Überströmspalts (16) für zu filtrierendes Fluid, einer ersten Membran (13), einem Filtratabstandshalter (14) zur Ausbildung eines Filtratsammelspalts und einer zweiten Membran (13) bestehen, die über fluchtende Durchbrechungen (3, 4, 5) zur Ausbildung von vorzugsweise senkrecht zur Fläche der Zuschnitte verlaufenden Kanälen für Fluidzulauf (6), Retentatablauf (8) und Filtratablauf (7) verfügen und wobei jene Durchbrechungen der Abstandshalter (2, 14) von einer über die Ebene der Abstandshalter (2, 14) geringfügig überstehenden Dichtungsmasse (9) fluiddicht eingefaßt sind, die zu den Kanälen hin geschlossen sind, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens ein Retentatabstandshalter (2) vorhanden ist, bei dem die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen (3, 5) zur Ausbildung der einen Art von Kanälen (6, 8) größer sind, als die Zugänge (10) zu den offenen Durchbrechungen (5, 3) zur Ausbildung der anderen Art von Kanälen (5, 3).
- 2. Verbesserte Crossflow-Filterkassetten (12), die aus einer Vielzahl benachbarter 20 Filterzellen aufgebaut sind, die aus alternierend angeordneten, flächigen Zuschnitten von mindestens einem Retentatabstandshalter (2') zur Ausbildung eines Überströmspalts (16) für zu filtrierendes Fluid, einer ersten Membran (13), einem Filtratabstandshalter (14) zur Ausbildung eines Filtratsammelspalts und einer zweiten Membran (13) bestehen, die über fluchtende Durchbrechungen (3, 4, 5) zur Ausbildung von vorzugsweise senkrecht zur Fläche der Zuschnitte (2', 13, 14) verlaufenden Kanälen für Fluidzulauf (6), 25 Retentatablauf (8) und Filtratablauf (7) verfügen und wobei jene Durchbrechungen der Abstandshalter (2', 14) von einer über die Ebene der Abstandshalter (2', 14) geringfügig überstehenden Dichtungsmasse (9) fluiddicht eingefaßt sind, die zu den Kanälen hin geschlossen sind und wobei die Membranen (13) in ihren Randbereichen von die 30 Durchbrechungen (3, 4, 5) offen lassenden Schutzrahmen oder im Bereich ihrer

sind.

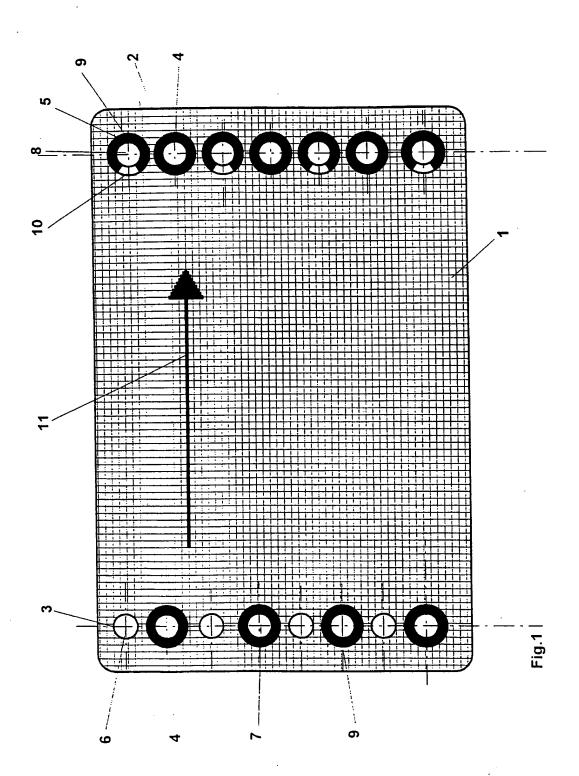
Durchbrechungen (3, 4, 5) von die Durchbrechungen (3, 4, 5) offen lassenden Schutzringmasken bedeckt sind,

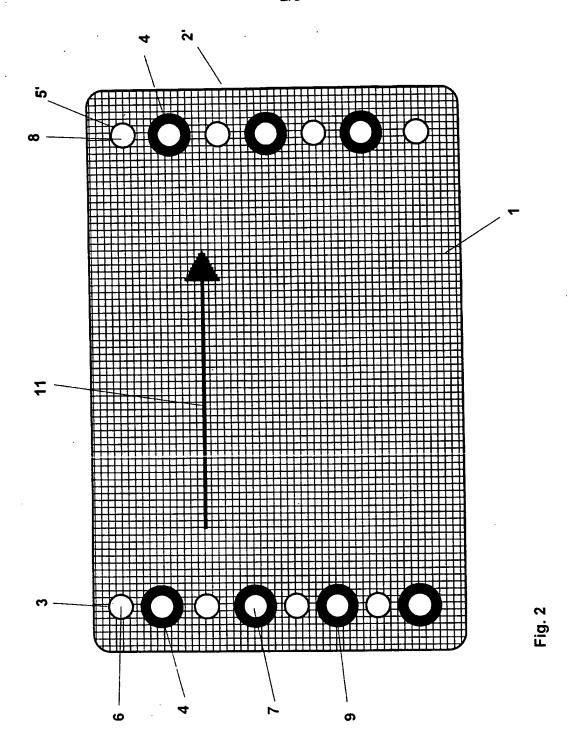
dadurch gekennzeichnet, daß

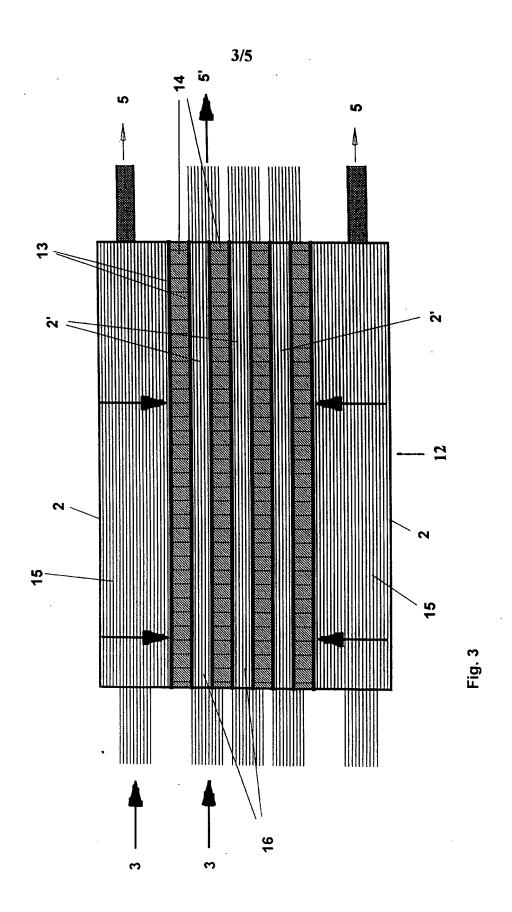
wenigstens ein Retentatabstandshalter (2) vorhanden ist, bei dem die Zugänge zu den offenen Durchbrechungen (3, 5) zur Ausbildung der einen Art von Kanälen (6, 8) größer sind, als die Zugänge (10) zu den offenen Durchbrechungen (5, 3) zur Ausbildung der anderen Art von Kanälen (8, 6).

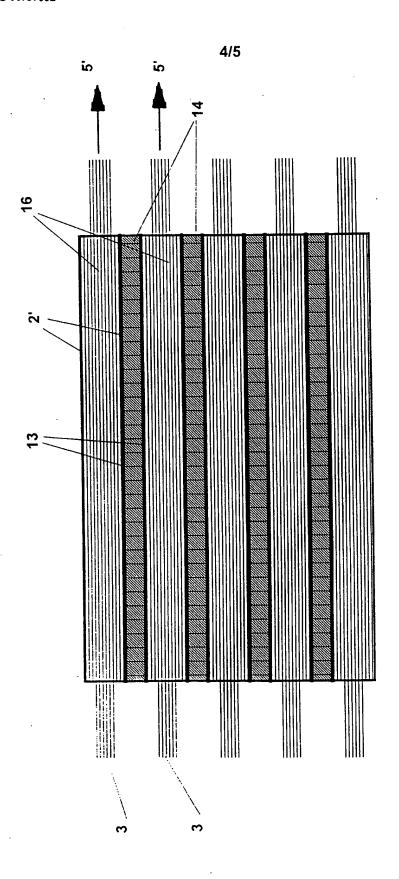
- 3. Verbesserte Crossflow-Filterkassetten (12), nach Anspruch 2,
- 10 dadurch gekennzeichnet, daßdie Membranen (13) unverstärkt sind.
  - 4. Verbesserte Crossflow-Filterkassetten (12) nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß
- die Retentabstandshalter (2) mit den unterschiedlich großen Zugängen zu den offenen Durchbrechungen (3, 5) als äußere und/oder mittige Retentatabstandshalter (2) in den Filterkassetten (12) angeordnet sind.
- Verbesserte Crossflow-Filterkassetten (12) nach Anspruch 1 bis 3,
   dadurch gekennzeichnet, daß
   die Retentabstandshalter (2) mit den unterschiedlich großen Zugängen zu den offenen
   Durchbrechungen (3, 5) in periodischer Abfolge in den Filterkassetten (12) angeordnet
- Verwendung der verbesserten Crossflow-Filterkassetten (12) nach den vorstehenden Ansprüchen zur Crossflow-Filtration von flüssigen Medien in Crossflow-Filtrationsanlagen mit geringen Pumpenleistungen, in dem die Crossflow-Filterkassetten (12) derart zwischen An- und Abströmplatten eingespannt werden, daß die kleineren Zugänge (10) zu den offenen Durchbrechungen (5) der Retentatabstandshalter (2) mit den Kanälen für den Retentatablauf (8) in kommunizierender Verbindung stehen.

7. Verwendung der verbesserten Crossflow-Filterkassetten (12) nach den vorstehenden Ansprüchen zur Crossflow-Filtration von flüssigen Medien in Crossflow-Filtrationsanlagen mit großen Pumpenleistungen, in dem die Crossflow-Filterkassetten (12) derart zwischen An- und Abströmplatten eingespannt werden, daß die kleineren Zugänge (10) zu den offenen Durchbrechungen (3) der Retentatabstandshalter (2) mit den Kanälen für den Fluidzulauf (6) in kommunizierender Verbindung stehen.









F1g. 4

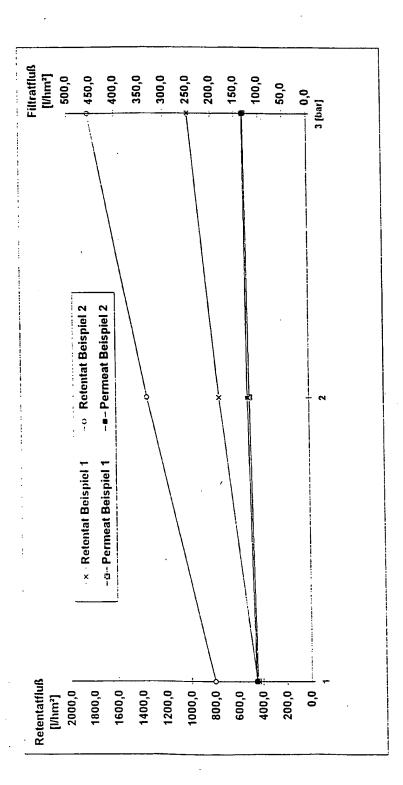


Fig. 5

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter onal Application No PCT/EP 99/03897

A. CLASSI IPC 6	FICATION OF SUBJECT MATTER B01D63/08 B01D65/02	
	o International Patent Classification (IPC) or to both national classific	ation and IPC
	SEARCHED	
Minimum do	ocumentation searched (classification system followed by classification	on symbols)
IPC 6	B01D	
Documenta	tion searched other than minimum documentation to the extent that s	such documents are included in the fields searched
Electronic d	ata base consulted during the international search (name of data ba	so and where practical search terms used)
		and the second s
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the rel	evant passages Relevant to claim No.
A	DE 33 41 262 A (SARTORIUS GMBH) 23 May 1985 (1985-05-23)	
A	DE 44 32 627 A (SARTORIUS GMBH) 21 March 1996 (1996-03-21)	
Α	US 4 715 955 A (FRIEDMAN DENIS R 29 December 1987 (1987-12-29) cited in the application	
	ner documents are listed in the continuation of box C.	Patent family members are listed in annex.
"A" docume consid "E" earlier of filing "L" docume which citation "O" docume other r	int which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication date of another in or other special reason (as specified) and referring to an oral disclosure, use, exhibition or neans	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention  "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone  "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled
"P" docume later th	ent published prior to the international filing date but an the priority date claimed	in the art. "&" document member of the same patent family
Date of the	actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
18	8 October 1999	26/10/1999
Name and n	nailing address of the ISA	Authorized officer
	European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rilswijk	
	Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Polesak, H

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

...formation on patent family members

Interional Application No PCT/EP 99/03897

Patent document cited in search repor	t	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3341262	Α	23-05-1985	NONE	
DE 4432627	A	21-03-1996	DE 29514282 U GB 2293118 A,B JP 8103637 A US 5575910 A	07-12-1995 20-03-1996 23-04-1996 19-11-1996
US 4715955	Α	29–12–1987	NONE	

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter onales Aktenzeichen PCT/EP 99/03897

	101/ [1 33/ 0303/
A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES IPK 6 B01D63/08 B01D65/02	
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Kla	ssifikation und der IPK
B. RECHERCHIERTE GEBIETE	
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbol IPK 6 B01D	ole )
Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, so	oweit diese unter die recherchierten Gebiete tallen
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (N	lame der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN	
Kategorie* Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angab	e der in Betracht kommenden Teile Betr. Anspruch Nr.
A DE 33 41 262 A (SARTORIUS GMBH) 23. Mai 1985 (1985-05-23)	
A DE 44 32 627 A (SARTORIUS GMBH) 21. März 1996 (1996-03-21)	
A US 4 715 955 A (FRIEDMAN DENIS R) 29. Dezember 1987 (1987-12-29) in der Anmeldung erwähnt	
·	
·	
Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen	X Siehe Anhang Patentlamilie
<ul> <li>Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen</li> <li>"A" Veröffentlichung, die den aligemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</li> <li>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen</li> </ul>	*T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidient, sondem nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden
Anmeldedatum veröffentlicht worden ist  "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhalt er- scheinen zu bezeignet geliche Veröffentliche verbeinen zu bezeignen zu bezeigne	Theorie ängegeben ist  "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Täligkeit beruhend betrachtet werden
ausgeführt)  "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach	erindenscher Tatigkeit beruhend betrachtet werden  "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist	*&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentlamilie ist
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche 18. Oktober 1999	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts 26/10/1999
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Polesak, H

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichun,  $\mathbf{a}$ , die zur selben Patentfamilie gehören

Inter nales Aktenzeichen PCT/EP 99/03897

Im Recherchenberich Ingeführtes Patentdokur		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 3341262	Α	23-05-1985	KEINE	<del></del>
DE 4432627	Α	21-03-1996	DE 29514282 U GB 2293118 A,B JP 8103637 A US 5575910 A	07-12-1995 20-03-1996 23-04-1996 19-11-1996
US 4715955	Α	29-12-1987	KEINE	